

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テーマコード* (参考)

C 1 3 D 3/14

C 1 3 D 3/14

C 1 3 J 1/06

C 1 3 J 1/06

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願平10-531017
 (86) (22) 出願日 平成10年1月6日 (1998.1.6)
 (85) 翻訳文提出日 平成11年7月6日 (1999.7.6)
 (86) 国際出願番号 PCT/US98/00115
 (87) 国際公開番号 WO98/30724
 (87) 国際公開日 平成10年7月16日 (1998.7.16)
 (31) 優先権主張番号 60/034, 191
 (32) 優先日 平成9年1月7日 (1997.1.7)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)
 (81) 指定国 EP (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, L U, MC, NL, PT, SE), JP, US

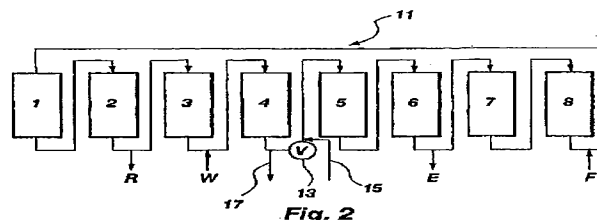
(71) 出願人 アマルガメイテッド リサーチ インコーポレイテッド
 アメリカ合衆国 83301 アイダホ州 ツインフォールズ オーチャードドライブ イースト 2531
 (72) 発明者 キアニー、マイケル エム.
 アメリカ合衆国 83301 アイダホ州 ツインフォールズ ウッドリバー サークル 2151
 (74) 代理人 弁理士 恩田 博宣

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 疑似移動層ブロック分離法

(57) 【要約】

SMBとして構成されたイオン排除システムの循環ループからシステムの通常の動作を妨害することなくベタインの「ブロック」が分離される。実際には、SMBの循環ループからベタイン濃縮分画が取り出される (17) のにしたがって、等量の水がループに導入される (15)。これにより循環ループは円滑に流れ続ける。



【特許請求の範囲】

1. 複数の分離された樹脂層の内部かつ間に延びる閉鎖ループ内を循環する流れから砂糖を回収するための疑似移動層プロセスであって、前記ループ上の各位置において、原料及び溶離剤の流入流が前記循環流に導入され、抽出物及びラフィネートの流出流が前記循環流から取り出され、前記各位置は前記プロセスの必要条件によって決定され、これによりベタインについて濃縮されたブロックを前記循環ループ中に生じる疑似移動プロセスにおいて、

前記ループ上のベタイン回収位置において前記循環流から前記ブロックの少なくとも一部分を取り出すことと、前記ベタイン回収位置のすぐ隣りかつ下流の位置において前記循環流に前記部分を補償するうえで十分な量の溶離剤を注入することを含む改良。

2. 前記疑似移動層は、それぞれにイオン交換樹脂が入れられ、マニホールドシステムを介して直列に連結された複数の容器を含むことにより前記循環ループが与えられ、前記ベタイン回収位置は前記ループに溶離液が導入される前記ループ上の第1の位置と前記ループから抽出物を取り出される第2の位置との間に配置される請求項1に記載の改良。

3. 前記ベタイン回収位置は第1の前記容器と第2の前記容器との間であり、該第2の容器は前記ループ上において前記第1の容器に対して下流に配置され、前記第1の位置は前記ループ上において前記第1の容器に対して上流に配置され、前記第2の位置は前記ループ上において前記第2の容器に対して下流に配置される請求項3に記載の改良。

4. S M Bとして構成されたイオン排除システムの循環ループから、該システムの通常の動作を妨害することなくベタインのブロックを分離するための方法

であって、前記循環ループからベタイン分画を取り出しつつ同時に等量の水を前記ループに導入することを含む方法。

5. 前記ベタイン分画の前記取り出し位置に対して下流の位置にて前記水は前記ループに導入される請求項4に記載の方法。

6. S M B砂糖回収プロセスに適用されるベタイン回収方法であって、

流れを受けるために複数の樹脂領域が直列に配置され、

前記領域と連結マニホールドシステムとを有するループを通じて循環流が基本流速にて連続的に流れ、

前記マニホールドシステムは、

前記循環流中において第1の前記樹脂領域に対して下流に位置する第2の前記樹脂領域に前記循環流が流れる際に、前記第1の樹脂領域を出る循環流に流入原料流が導入され、

前記第2の樹脂領域を出る前記循環流から流出ラフィネート流を取り出し、

前記循環流中において前記第1、第2、及び第3の樹脂領域に対して下流に位置する第4の前記樹脂領域に入る前記循環流に流入水流を導入し、

前記第4の樹脂領域を出る前記循環流から流出抽出物流を取り出すように構成され、

前記原料、水、ラフィネート及び抽出物流が一群としてループの周上の他の位置に移動することにより前記原料流が前記樹脂領域のそれぞれに順番に導入される一方、他の前記流出流及び流入流が同様に前進せられて前記ループ上における互いの相対的な位置が維持されるように前記マニホールドシステムは動作するベタイン回収方法において、

前記循環流からベタイン濃縮分画を取り出しつつ同時にこれに相当する量の水を前記ループの前記基本流速が保たれるような所定の位置において前記循環流に導入することを含む回収方法。

7. 前記ベタイン濃縮分画は、前記ループ上の前記流入水流の導入点の下流かつ前記流出抽出物流の上流の所定の位置において前記循環流から取り出される請求項6に記載の回収方法。

【 発 明 の 詳 細 な 説 明 】

疑似移動層ブロック分離法

発 明 の 背 景

技 術 分 野

本発明は、疑似移動層（SMB）の制御に関し、より詳細には、例えば砂糖工場のSMBの循環ループからベタイン分画を回収するうえで適用することが可能なブロック分離法に関する。

技 術 的 背 景

米国特許第4, 412, 866号は原料の成分を分離するためのSMBの操作について述べている。樹脂層が複数の容器に分割され、各容器は循環ループ内の領域として機能する。各容器はマニホールドシステムによって連結され、容器が適当な順番に配列される。4種類の媒質、すなわち、原料、溶離剤、抽出物、及びラフィネートがこのプロセスにおいては用いられる。砂糖工場に適用される場合、一般的な原料はショ糖溶液であり、溶離剤は水であり、抽出物はショ糖の水溶液であり、ラフィネートは塩や分子量の大きい物質などのショ糖以外の物質の水溶液である。

一般的な砂糖工場における砂糖の価値の最大の損失は糖ミツの生成によるものである。糖ミツは精製糖を回収するために結晶化を繰返した後に残留する副産物（廃棄物）流である。この糖ミツは一般的に非常に純度が低く、更なる糖の回収のための結晶化を行うことは経済的な観点から非現実的である。前出の4, 412, 866号特許に開示されるものと同様のSMB構成が砂糖工場において糖ミツを処理するために使用されている。この処理では、通常、比較的高純度（例、90%）で灰分の少ない製品分画と、40～50%の原料を含み、比較的純度が

低く、灰分が多い廃物分画が得られる（製糖産業において用いられているように、「純度」とは乾燥重量でみた場合の試料中の固体分に占めるショ糖の重量比率である）。この廃物分画には糖ミツ中のベタインのほとんどが含まれている。ベタインは糖ミツ中に最も豊富に見られる窒素化合物であり、特に家畜試料として、商業的価値を有する副産物として知られている。

米国特許第4, 359, 430号及び同5, 127, 957号では砂糖工場で生産される糖ミツなどの様々な原料からベタイン分画を回収するための方法について述べている。第5, 127, 957号特許はSMBシステムに対して用いられるバッチ操作について開示している。この方法は、樹脂層中の循環を維持しつつSMBへの流入及び流出流を全て止めることを含む。この後、水及び／または糖ミツがベタイン、ショ糖、残りの糖ミツをループ中の別々のカラムから取り出すために導入される。

SMBシステムからのベタインの回収のための改良された方法が必要とされている。理想的にはベタインの除去はシステムの連続的な作動を妨げることなく行われなければならない。

発明の開示

本発明に基づけば、SMBとして構成されたイオン排除システムの循環ループから、ベタインの「ブロック」がシステムの通常の動作を妨害することなく分離される。実際には、循環ループからベタインの分画が取り出される一方、等量の水がループに導入される。ループの循環流は妨害されることなく流れ続ける。

広義には、本発明は閉鎖ループ上で複数の隔離された樹脂層の内部及び間に流れる循環流からの砂糖を回収するための疑似移動層プロセスにおいて適用され、ループ上の各位置において原料及び溶離剤の流入流が循環流に導入され、抽出物

及びラフィネートの流出流が循環流から取り出される。流入流及び流出流のそれぞれの位置はプロセスの必要条件によって決定される。これにより循環ループ中にベタインについて濃縮された液体のブロックが形成される。このブロックはベタイン値について濃縮されているとみなすのがより適当であり、こうした値が必ずしも循環流に対して与えられているわけではないが、このブロックを「ベタイン濃縮された」ブロックと呼ぶことも可能である。本発明の改良点は、ベタイン濃縮されたブロックの少なくとも一部（「ベタイン濃縮分画」と呼ぶ）を循環流から取り出すことを含む。この取り出しはループ上のベタイン回収位置から行われる。取り出される量を補償するだけの量の溶離液、通常は水、が循環流に導入される。導入は好ましくはベタイン回収位置のすぐ隣りかつ下流の位置において行

われる。ベタイン回収位置は、ループ中に循環流が導入されるループ上の第 1 の位置と、ループから抽出物が除去される第 2 の位置との間に通常置かれる。単純に述べると、本発明は、SMBとして構成されたイオン排除システムの循環ループからシステムの通常の動作を妨害することなくベタインのブロックを分離するための方法を提供するものである。この方法は、循環ループからベタイン分画を取り出す一方で、同時にループに等量の水を導入することを含む。通常、水はベタイン分画の取り出し点に対して下流の位置にてループに導入される。循環ループ上の全ての位置はループ上の他の位置から見て上流または下流とみなされる。本開示において用いられる「上流」及び「下流」とは、流入原料流の導入点からループを周回して再び導入点に戻る循環流の流れの方向に対して用いられるものである。

本発明の実施例に基づけば、SMBプロセスに対してベタイン回収方法が用いられるがここでは複数の樹脂領域が順番に流れを受けるように配置されている。循環流は樹脂領域及び連結マニホールドシステムを含むループを通じて基本流速にて連続的に流れる。このマニホールドシステムは、循環流が該循環流上で第 1 の樹脂領域に対して下流に位置する第 2 の樹脂領域に流れる際に、第 1 の樹脂領域を

出る循環流に流入原料流を導入するように構成されている。マニホールドシステムにおいては更に、第 2 の樹脂領域を出る循環流から流出ラフィネート流が取り出される。マニホールドシステムは更に、循環流上で第 1、第 2 及び第 3 の樹脂領域に対して下流に位置する第 4 の樹脂領域に入る循環流に流入水流が導入され、第 4 の樹脂領域から出る循環流から流出抽出物流が取り出されるように構成されている。マニホールドシステムは更に、原料、水、ラフィネート、及び抽出物流が一群としてループの周上の他の位置に移動することにより原料流が樹脂領域のそれぞれに順番に導入される一方、他の流出流及び流入流が同様に前進せられてループ上における互いの相対的な位置が維持されるように動作する。この回収方法は、循環流からベタイン濃縮分画を取り出しつつ同時にこれに相当する量の水をループの基本流速が保たれるような所定の位置において循環流に導入することを含む。多くの場合、ベタイン濃縮分画は、ループ上の流入水流の導入点の下流かつ

流出抽出物流の上流の所定の位置において循環流から取り出される。

図面の簡単な説明

本発明を実施するうえで現時点における最良の態様と考えられるものを示した図において、

図 1 は、従来のイオン排除法において一般的な S M B システムを示す簡略化されたフロー図、

図 2 は、本発明を援用するために改良された S M B システムを示す図 1 と同様の簡略化されたフロー図、

図 3 は、本発明のシステム中のリフラクトメータの配置を示した簡略化されたフロー図、

図 4 は、図 3 に示されるように配置されたリフラクトメータによる測定から得られた典型的な R D S 曲線である。

発明を実施するための最良の態様

図 1 では、8 個のセル（それぞれ 1 個以上の容器を備える）が流れを順番に受けるように配置されている。この構成については米国特許第 4, 412, 866 号に詳細に説明されている。セルはそれぞれ 1 ～ 8 番目まで番号付けされている。循環流が、セル 1 ～ 8 及び参照符号 11 にて示される連結マニホールドシステムを通じて「基本」流速にて連続的に流れる。マニホールド 11 は、セル 8 から出てセル 1 の上部に流れる循環流に原料 F が導入され、セル 2 の底部から出る循環流からラフィネート R が取り出され、セル 5 の上部に入る循環流に水 W が導入され、セル 6 から出る循環流から抽出物 E が取り出されるように構成されている。これらの流れによりシステム内の全体の樹脂層は、それぞれが少なくとも 1 つのセルを含む 4 つの領域に分割される。

一般的な S M B システムでは、流入物 F、W のそれぞれ、及び、流出物 R、E のそれぞれがグループとしてループ内の他の位置に移動する。図に示された特定の S M B システムは 8 つの工程にて制御される。すなわち、原料 F は各カラム 1 ～ 8 の上部に順番に導入され、他の流入流及び流出流もループ内における互いの相対的な位置を維持しつつ移動する。

図2に示された構成は従来の糖ミツ処理システムにおいて一般的なものであるが、本発明に基づくベタインブロックの除去を行うために若干改良されている。図2に示された本発明に基づくマニホールド11は、セル8から出てセル1の上部に流れる循環流に原料Fが導入され、セル2の底部から出る循環流からラフィネートRが取り出され、セル4の上部に入る循環流に水Wが導入され、セル6から出る循環流から抽出物Eが取り出されるように構成されている。図に示されるようにバルブ13及び導管15、17がセル4とセル5との間に配置される。循環流からベタイン濃度が高められた「ブロック」を取り出したい場合、バルブ13が作動し、カラム4の底部からの流れが、カラム5の上部に向けてではなく

導管17に流れる。同時にこれに相当する量の水が導管15を通じてカラム5の上部に導入される。

詳細には、ベタイン除去の間、ラフィネート取り出し位置Rは原料Fを受けるセルからセル2個だけ下流の位置に維持される。すなわち、水はラフィネート取り出し位置からセル1個だけ下流の位置にて導入される。抽出物Eの除去は通常の水導入位置からセル3個だけ下流の位置に維持され、材料Fの導入は抽出物除去位置からセル2個だけ下流の位置にて行われる。

図2に示されるようにベタイン分離はSMB操作の第1工程が行われる間にセル4とセル5との間において起きるものと考えられる。すなわちバルブ13はセル4とセル5との間に配置されている。工程の進行に伴ってバルブ13の位置は前進させることが可能であるが、こうした前進は必要ではなく、それによってもたらされる利点はあまりない。ベタイン除去は8工程毎、または8工程の倍数毎に1回起きれば充分である。

図のように構成、配置され、リサイクル速度がマニホールドのセル8とセル1との間に配置された流量計によって監視されているシステムでは、システムの各工程に対するリサイクル設定点は表に示す通りである。

工程	リサイクル流速
1	基本速度 + F
2	基本速度
3	基本速度
4	基本速度 + E
5	基本速度 + E
6	基本速度 + E
7	基本速度 + E - W
8	基本速度 + F

注、表中 F、E 及び W はそれぞれ材料、抽出物、及び水の流速を示す。

操作の制御においては、導管 17 からシステムの外に出るベタインブロックの流れに対する設定点としてセル 4 の通常のリサイクル速度をとれば好都合である。導管 15 からシステムに注入される水ブロックに対しても同じ流速が用いられる。したがって、セルに対してラフィネート R 及び水 W バルブの配置が換わる場合を除き、SMB システムの全体を通じて通常の流れ設定点が攪乱されることはない。除去されるベタインブロックに含まれる水を補償するためには、工程 1 において W に導入される通常の水量に加え一定量の水が必要である。これは従来の操作と比較して通常約 20% 増加した量である。

図に示されるような SMB システムは普通、コンピュータ論理制御 (PLC) システムのような、ソフトウェアによって作動せられる制御系により動作する。一工程 (例、工程 1) 中の任意の選択された部分においてバルブ 13 はベタインブロック分離モードに設定することが可能である。分離は直ちに開始されるか、あるいは工程の開始後、一定時間遅れて開始されることが一般的には好ましく、工程の終了まで行われる。工程の始めに安定化を図るため短い遅れ時間、通常 1 分以下、が必要とされる場合もある。ベタイン濃度は一般的に工程の終わり近くにおいて大きい。

図 3 は、マニホールド 11 のセル 3 とセル 4 との間におけるリフラクトメータ 25 の配置を示したものである。このように配置されたリフラクトメータ 25 は、セル 4 に入る直前のマニホールド 11 の循環流中の「リフラクトメータ乾燥物質 (RDS)」含有量を測定する。これにより分離の前のリサイクル流中のベタイン

蓄積度が推定される。図 4 は、図 2 に示されたシステムから分離される典型的なベタインブロックについて説明するための R D S 曲線である。通常、グラフの部分 18 にて表される分画が分離され、ベタインが回収される。グラフの部分 19 は抽出段階を、部分 20 はラフィネート段階を表す。

図 4 のベタインブロックから採取された試料を分光計により分析した結果、砂糖は検出されなかった。ラフィネート分画の純度はベタイン分離の結果事実上高くなることが考えられる(例、21~23 純度)。しかし、物質の平衡を維持するために用いられる糖を含まない分画は、ラフィネートとベタイン分画の複合物である。このような複合物の純度は通常 15 純度程度である。

【 図 1 】

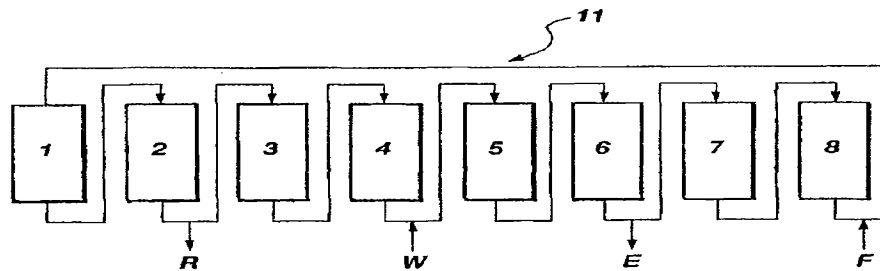
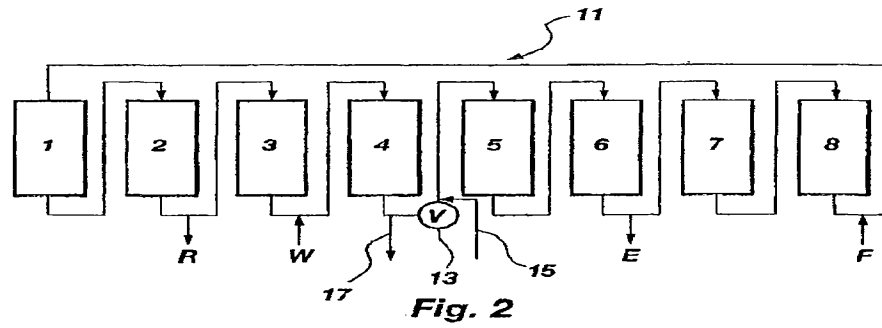
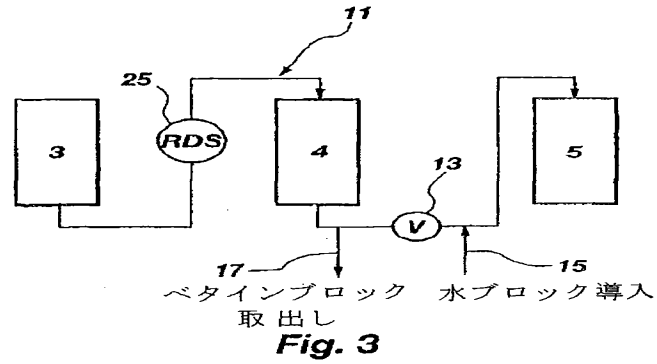


Fig. 1
(従来技術)

【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】

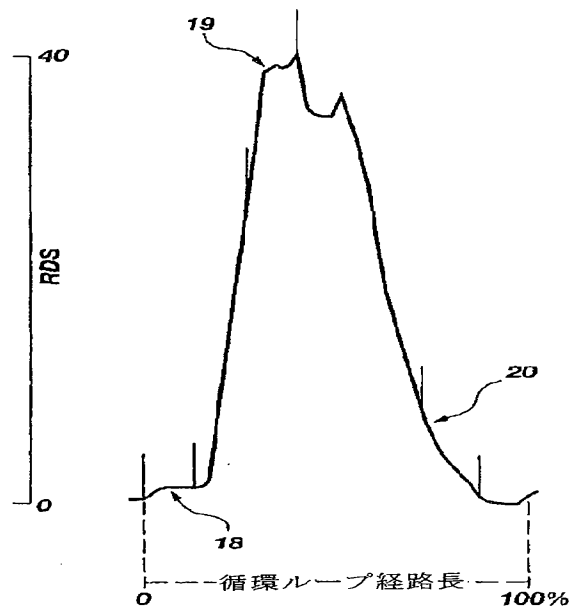


Fig. 4

【 国 際 調 査 報 告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/US98/00115

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
IPC(6) : C13D 3/14; C13J 1/06 US CL : 127/46.2, 46.3, 47; 210/656, 673, 675, 691, 692 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) U.S. : 127/46.2, 46.3, 47; 210/656, 673, 675, 691, 692		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched none		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) none		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5,127,957 A [HEIKKILA et al] 07 July 1992, see entire document.	1-7
A	US 4,359,430 A [HEIKKILA et al] 16 November 1992, see entire document.	1-7
A	US 4,412,866 A [SCHOENROCK et al] 01 November 1983, see entire document.	1-7
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "B" earlier document published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" documents of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" documents of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "Z" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 13 MARCH 1998		Date of mailing of the international search report 03 APR 1998
Name and mailing address of the ISA/US Commissioner of Patents and Trademarks Box PCT Washington, D.C. 20231 Facsimile No. (703) 305-3230		Authorized officer DAVID M BRUNSMAN Telephone No. (703) 308-0661

Form PCT/ISA/210 (second sheet)(July 1992)*

フロントページの続き

- (72)発明者 ピーターソン、ケネス アール、
アメリカ合衆国 83301 アイダホ州 ツ
イン フォールズ プリンストン ドライ
ブ 1519
- (72)発明者 マム、マイケル ダブリュー、
アメリカ合衆国 83334 アイダホ州 ハ
ンセン ノース スリーサウザンドエイト
ハンドレッドフィフティ イースト 3798